

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-113874

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月6日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

B 2 4 D 3/00  
11/00

識別記号

3 2 0

F I

B 2 4 D 3/00  
11/00

3 2 0 Z  
B

審査請求 未請求 請求項の数16 F D (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願平8-289381

(22) 出願日 平成8年(1996)10月11日

(71) 出願人 000152181

株式会社奈良機械製作所  
東京都大田区城南島2丁目5番7号

(71) 出願人 596157687

川島 徳道  
神奈川県横浜市港南区港南3-7-9

(72) 発明者 川島 徳道

神奈川県横浜市港南区港南3-7-9

(72) 発明者 カワン スタント

神奈川県横浜市青葉区もみの木台12-3

(72) 発明者 松野 昂士

神奈川県相模原市相模大野9-9-10

(74) 代理人 弁理士 波多野 久 (外1名)

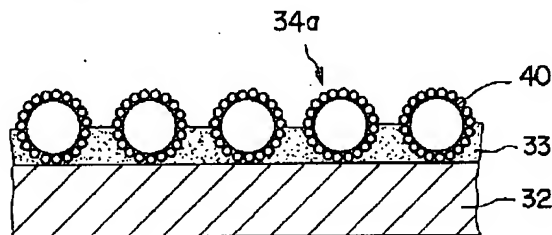
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 生体材料研磨用複合砥粒、その製造方法および研磨材

(57) 【要約】

【課題】 寿命(耐久性)が優れ、生体との親和性が良好な生体材料を形成することが可能な生体材料研磨用複合砥粒、その製造方法および生体材料研磨材を提供する。

【解決手段】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の表面に、このバイオセラミックス粒子より粒子径が小さく、かつ生体適合性を有する研磨砥粒を固定して複合化したことを特徴とする生体材料研磨用複合砥粒40である。また、上記複合砥粒40を基材表面に固定したり、また複合砥粒40を成形・焼結することにより、本発明の研磨材が形成される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の表面に、このバイオセラミックス粒子より粒子径が小さく、かつ生体適合性を有する研磨砥粒を固定して複合化したことを特徴とする生体材料研磨用複合砥粒。

【請求項2】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子が、生体活性であるヒドロキシアパタイト（HAP）、リン酸三カルシウム（TCP）、生体ガラス、結晶化ガラスおよび生体不活性であるアルミナ、ジルコニア、カルシウムアルミネートおよびアルミノシリケートから選択される少なくとも1種から成ることを特徴とする請求項1記載の生体材料研磨用複合砥粒。

【請求項3】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の平均粒径が、研磨砥粒の平均粒径の5倍以上であることを特徴とする請求項1記載の生体材料研磨用複合砥粒。

【請求項4】 生体適合性を有する研磨砥粒がダイヤモンド、アルミナ、ジルコニア、窒化けい素および炭化けい素から選択される少なくとも1種から成ることを特徴とする請求項1記載の生体材料研磨用複合砥粒。

【請求項5】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子表面を、生体適合性を有する研磨砥粒で被覆するように高速気流中衝撃法によって研磨砥粒をバイオセラミックス粒子表面に固定することを特徴とする生体材料研磨用複合砥粒の製造方法。

【請求項6】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の表面に、このバイオセラミックス粒子より粒子径が小さく、かつ生体適合性を有する研磨砥粒を固定して複合化した複合砥粒を基材表面に結合剤を介して弾性的に支持固定したことを特徴とする生体材料研磨材。

【請求項7】 基材が、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリイミド、ポリカーボネートから選択される少なくとも1種から成るフィルム状基材であることを特徴とする請求項6記載の生体材料研磨材。

【請求項8】 基材が、紙、硬質ゴム、軟質合成樹脂および金属から選択される少なくとも1種から成るディスク状基材であることを特徴とする請求項6記載の生体材料研磨材。

【請求項9】 結合剤が、合成ゴム、合成樹脂などの合成高分子、化学処理生体材料および天然高分子から選択される少なくとも1種から成ることを特徴とする請求項6記載の生体材料研磨材。

【請求項10】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子から成るマトリックス焼結体に生体適合性を有する研磨砥粒が分散していることを特徴とする生体材料研磨材。

【請求項11】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の表面に、このバイオセラミックス粒子より粒子径が小さく、かつ生体適合性を有する研磨砥粒を固定して複合化した複合砥粒の焼結体から成ることを特徴とす

る生体材料研磨材。

【請求項12】 研磨砥粒の平均粒径が10 $\mu$ m以下であることを特徴とする請求項1記載の生体材料研磨材。

【請求項13】 複合砥粒の表面に、さらに研磨砥粒より粒子径が小さい高靱性セラミックス粒子を固定して複合化したことを特徴とする請求項1記載の生体材料研磨材。

【請求項14】 高靱性セラミックスが部分安定化ジルコニア（PSZ）およびアルミナの少なくとも一方であることを特徴とする請求項13記載の生体材料研磨材。

【請求項15】 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子表面を、生体適合性を有する研磨砥粒で被覆するように高速気流中衝撃法によって研磨砥粒をバイオセラミックス粒子表面に固定して複合砥粒を調製し、得られた複合砥粒を加圧成形し、この成形体を非酸化性雰囲気中で焼結することを特徴とする生体材料研磨材の製造方法。

【請求項16】 高速気流中衝撃法を使用して複合砥粒の表面に、さらに研磨砥粒より粒子径が小さい高靱性セラミックス粒子を固定して複合化することを特徴とする請求項15記載の生体材料研磨材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は生体埋植用インプラント材料などの生体材料の表面を研磨するために使用する複合砥粒、その製造方法および生体材料研磨材に係り、特に耐久性が良好であり、被研磨体となる生体材料を生体内に埋植した場合においても生体組織に及ぼす影響が少なく、生体との親和性が良好なインプラント材料を形成することが可能な複合砥粒、その製造方法および生体材料研磨材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】疾病、老化、怪我などによって生体硬組織が損傷したり、その正常な機能が喪失された場合に、人工的に形成した生体材料（インプラント材料）を生体内に埋植して機能を回復させる技術が開発されている。例えば、欠損した骨部に、金属やセラミックスで形成した人工骨や人工関節を埋め込むことにより骨欠損部を修復する外科的治療法が普及している。また、虫歯等の原因によって抜けてしまった歯部に、人工歯根をインプラント材料として埋め込んで基台とし、この基台上に結晶化ガラスを積層して義歯を形成したり、金属やセラミックスから成る義歯を固着する修復方法も広く普及している。

【0003】上記人工骨や人工歯根などの生体硬組織用インプラント材料に要求される特性としては、一般のインプラント材料と同様に、第1に生体組織適合性に優れていることが必須である。すなわち、生体と接触させても毒性、刺激性、発癌性などの生体為害性がなく、血液

凝固、溶血や代謝異常を誘起せず、さらには生体内の過酷な条件下においても、溶解や腐食、劣化を起こさず生化学的に安定（生体不活性）であることが要求されている。

【0004】また、第2の要求特性として繰り返しの変動荷重にも十分に耐える構造強度や破壊靱性を有し、所定の機能を発揮することも必須である。さらに、第3の要求特性として生体内にインプラント後において、周囲の骨組織や軟組織と十分ななじみ結合する性質、いわゆる組織親和性（生体親和性、生体活性）を備えることも重要な要求特性である。また、雑菌の生体への感染を防止するために、滅菌処理が可能となるような物理化学的安定性も必要とされる。

【0005】上記各種インプラント材料（生体材料）はセラミックスや金属などから成る素材を目的に応じて様々な形状に研削加工し、さらに表面を研磨加工して仕上げた後に生体内に埋植される。特に人工関節、人工骨、人工歯などの生体硬組織用インプラント材料においては、材料の仕上げ面性状がインプラント材料の耐磨耗性、潤滑特性、耐久性、破壊靱性、生体親和性などに大きな影響を及ぼすため、入念な研磨加工が実施されている。

【0006】上記研磨加工に際しては、生体材料の最終加工形状、形状精度、加工能率に応じて、遊離砥粒を使用するラッピングやポリッシングなどの研磨法や、固定砥粒を使用した研磨フィルムなどによる研磨法が使用される。特に精密研磨加工を必要とする場合には、一般に、ダイヤモンドや硬質セラミックスから成る微細な砥粒を均一に分散させた樹脂をフィルム基材表面にコーティングして形成した研磨フィルムが使用される。また、天然歯や各種人工歯等を研磨加工する場合には、高硬度の研磨砥粒をゴム質中に分散させ先端部を円柱形、円錐形、切頭円錐形、円盤形、砲弾形等の各種形状に形成したポイント型研磨材が広く使用されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、砥粒を分散させた樹脂を基材表面にコーティングして形成した従来の研磨材においては、砥粒径が小さくなるに従って表面エネルギーが増大して砥粒が凝集し易くなり、研磨砥粒を樹脂中に均一に分散させることが困難になる。そして砥粒が凝集した状態で固定化された研磨材を使用した場合には、被研磨材である生体材料に傷痕が形成され易く構造強度や耐久性が大幅に低下したり、周囲の生体組織との癒合性が低下する原因となる一方、研磨材自体についても砥粒の脱落が起こり易く研磨材の寿命が短くなる問題点があった。

【0008】また精密研磨のために砥粒径を小さくするに従って、コーティングによって形成される砥粒膜の表面粗さも小さくなり、研磨時に被研磨材との摩擦が大きくなって、結合剤としての樹脂の溶着や融着が発生し易

くなる。また、研磨屑の排出が困難となるため、目詰りを生じ易く、研磨材の寿命が短くなる原因となっている。特に不純物となる結合剤成分が溶着し易く、この融着した生体材料を生体内に埋植した場合には生体に抗体反応が起こり易くなるなど生体反応に重大な問題を起こすおそれ大きい。

【0009】上記砥粒の分散性を改善するために、例えば特開平1-205978号公報に開示されているように、球状粒子に研磨材粒子をコーティングしてなる混合球状研磨材も提案されている。

【0010】しかしながら、上記混合球状研磨材は、ポリマービーズから成る大粒子の表面に微細な砥粒粒子が弱い結合力で単に付着した構造、いわゆるオーダードミクスチャー（ordered mixture）構造を有しているため、砥粒の脱落が生じ易く、この混合砥粒を用いた研磨材の寿命は短いという難点がある。また上記混合球状研磨材は、生体材料の研磨を目的としておらず、その組成について全く考慮されていないために、研磨後において不純物となる粒子成分が生体材料に付着し易くなり、生体材料を生体内に埋植した場合に周辺組織との癒合強度や生体親和性が低下する上に、生体反応に悪影響を及ぼす問題点があった。

【0011】また研磨砥粒をゴム質中に分散させて形成した従来の研磨材を使用して、軟質材料中に硬質粒子を分散させた補綴材料を研磨加工する場合においては、補綴材料中の軟質材のみが選択的に研磨される傾向が強い。ため、平滑で光沢があって生体親和性が良好な研磨面を得ることが困難であった。

【0012】一方、セラミックス焼結体（コア材）表面に気相析出法を使用して研磨砥粒層としてのダイヤモンド単結晶層を析出させた研磨材も広く使用されているが、研磨砥粒層が研磨材の表面のみにしか存在しないため、研磨材としての寿命が極めて短いという問題点があった。また、ゴムまたは軟質合成樹脂で所定形状に成形したコア材の表面に接着剤を用いて研磨砥粒層を被覆した研磨材についても、同様に砥粒層が表面のみにしか形成されないため、研磨材としての寿命が短い欠点があった。

【0013】本発明は上記問題点を解決するためになされたものであり、寿命（耐久性）が優れ、生体材料を研磨した場合においても生体材料表面に悪影響を与えず、また研磨した生体材料を生体内に埋植した場合においても生体組織に及ぼす影響が少なく、生体との親和性が良好な生体材料を形成することが可能な生体材料研磨用複合砥粒、その製造方法および生体材料研磨材を提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記目的を達成するために種々の無機系材料と研磨砥粒とを組み合わせることで複合砥粒を調製し、その複合砥粒を遊離砥粒として

使用して生体材料を研磨し、生体材料に与える影響を比較調査した。また上記複合砥粒を焼結体とし、基材表面に結合剤を介して固定して各種研磨材を調製し、その研磨材の構成材料、製法等が、研磨材の寿命、耐久性に及ぼす影響およびインプラント材料などの生体材料の特性に及ぼす影響等について比較研究した。

【0015】その結果、無機系材料の中で生体適合性、特に骨組織親和性を有するヒドロキシアパタイト ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) (以下、HAPと略記する。)などのバイオセラミックス粒子の表面に高速気流中衝撃法を使用して研磨砥粒を強固に結合して複合砥粒を調製したときに、砥粒の分散性が良好で生体材料の表面に悪影響を与えずに精密に研磨することが可能であり、長寿命の複合砥粒が得られた。またインプラント材料などの生体材料の表面を研磨しながら、生体親和性に優れたバイオセラミックス成分を生体材料表面に積極的に付着させることが可能になるため、生体材料表面に生体親和性を付与することが可能になり、生体組織との癒合強度に優れた長寿命の生体材料が初めて得られることが判明した。

【0016】さらに上記複合砥粒を基材表面に固定して研磨材とした場合、または複合砥粒を成形焼結して研磨材とした場合においても、バイオセラミックス粒子と研磨砥粒との結合強度が高いため、砥粒の脱落が少なく、長寿命の研磨材が得られる。上記研磨材を使用して生体材料を研磨した場合にも、バイオセラミックス成分が生体材料表面に付着するため、生体親和性に優れた生体材料が得られるという知見を得た。

【0017】本発明は上記知見に基づいて完成されたものである。すなわち本発明に係る生体材料研磨用複合砥粒は、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の表面に、このバイオセラミックス粒子より粒子径が小さく、かつ生体適合性を有する研磨砥粒を固定して複合化したことを特徴とする。

【0018】また、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子は、生体活性であるヒドロキシアパタイト (HAP)、リン酸三カルシウム (TCP)、生体ガラス、結晶化ガラス、および生体不活性であるアルミナ、ジルコニア、カルシウムアルミネートおよびアルミノシリケートから選択される少なくとも1種から構成するとよい。

【0019】なお、生体適合性を有する材料としては、上記のように生体活性を有する材料と生体不活性である材料とに大別される。生体活性を有する材料とは、生体組織とのなじみ性 (親和性) が良好であるなど、生体に対して積極的な効果をもたらす材料である。一方、生体不活性な材料とは、生体内において不活性で生体組織に悪影響を及ぼすことが少ない材料である。本発明においては、上記生体活性を有する材料および生体不活性な材料のいずれも使用することが可能であるが、特に生体活

性を有する材料を使用することが好ましい。

【0020】さらに生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の平均粒径が、研磨砥粒の平均粒径の5倍以上であることが好ましい。

【0021】また、生体適合性を有する研磨砥粒は、ダイヤモンド、アルミナ、ジルコニア、窒化けい素および炭化けい素から選択される少なくとも1種から構成するとよい。

【0022】さらに本発明に係る生体材料研磨用複合砥粒の製造方法は、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子表面を、生体適合性を有する研磨砥粒で被覆するように高速気流中衝撃法によって研磨砥粒をバイオセラミックス粒子表面に固定することを特徴とする。

【0023】また、本発明に係る第1の生体材料研磨材は、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の表面に、このバイオセラミックス粒子より粒子径が小さく、かつ生体適合性を有する研磨砥粒を固定して複合化した複合砥粒を基材表面に結合剤を介して弾性的に支持固定したことを特徴とする。

【0024】ここで上記基材は、ポリエチレンテレフタレート (PET)、ポリイミド、ポリカーボネートから選択される少なくとも1種から成るフィルム状基材または紙、硬質ゴム、軟質合成樹脂および金属から選択される少なくとも1種から成るディスク状基材でもよい。

【0025】また結合剤は、合成ゴム、合成樹脂などの合成高分子、化学処理生体材料および天然高分子から選択される少なくとも1種で構成するとよい。

【0026】本発明に係る第2の生体材料研磨材は、生体適合性を有するバイオセラミックスから成るマトリックス焼結体に生体適合性を有する研磨砥粒が分散していることを特徴とする。

【0027】また、本発明に係る第3の生体材料研磨材は、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の表面に、このバイオセラミックス粒子より粒子径が小さく、かつ生体適合性を有する研磨砥粒を固定して複合化した複合砥粒の焼結体から成ることを特徴とする。

【0028】ここで上記研磨砥粒の平均粒径は  $10\mu\text{m}$  以下であることが好ましく、 $5\mu\text{m}$  以下であることがさらに好ましい。また上記複合砥粒の表面に、さらに研磨砥粒より粒子径が小さい高靱性セラミックス粒子を固定して複合化するとよい。さらに上記高靱性セラミックスは部分安定化ジルコニア (PSZ) およびアルミナの少なくとも一方から構成するとよい。

【0029】また、上記生体材料研磨材の製造方法は、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子表面を、生体適合性を有する研磨砥粒で被覆するように高速気流中衝撃法によって研磨砥粒をバイオセラミックス粒子表面に固定して複合砥粒を調製し、得られた複合砥粒を加圧成形し、得られた成形体を非酸化性雰囲気中で焼結することを特徴とする。また、複合砥粒を加圧成形すると同

時に焼結するホットプレス法によって製造することも可能である。また上記製造方法において、高速気流中衝撃法を使用して複合砥粒の表面に、さらに研磨砥粒より粒子径が小さい高靱性セラミックス粒子を固定して複合化した複合砥粒を用いるとよい。

【0030】本発明の生体材料研磨用複合砥粒を構成するために使用される、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子としては、生体活性であるヒドロキシアパタイト（HAP）、リン酸三カルシウム（TCP）、生体ガラス、結晶化ガラス、生体不活性であるアルミナ、ジルコニア、カルシウムアルミネートおよびアルミノシリケートなどが使用できる。これらのバイオセラミックス粒子は固定化される研磨砥粒の凝集を防止する核（コア）粒子としての機能を果す。また生体活性であるバイオセラミックス粒子を用いる場合は、被研磨材である生体材料に付着して生体材料の生体親和性を高める働きをする主要構成材である。

【0031】上記各種バイオセラミックス粒子のうち、特にヒドロキシアパタイト（HAP）は生体の骨組織と同様の結晶構造を有しており、生体材料に骨組織親和性を付与するために最も好適である。また、TCPは体液に対する溶解度がHAPと比較して大きいので、生体材料の表面に付着したTCPが、局所的なCa、Pの供給源となり、骨芽細胞の骨形成速度を速めることになるため、好ましい。

【0032】上記生体適合性を有するバイオセラミックス粒子の平均粒径は、その表面に均一に研磨砥粒を固定するために、研磨砥粒の平均粒径の5倍以上、好ましくは10倍以上であることが望ましい。またバイオセラミックス粒子の形状は、特に限定されないが、球形が好ましい。

【0033】一方、研磨砥粒としては、生体に対して毒性がない、いわゆる生体適合性を有する研磨砥粒が使用される。研磨砥粒の具体例としては、ダイヤモンドやアルミナ、ジルコニア、窒化けい素および炭化けい素など、生体内においても化学的に安定性を有する医用セラミックス粒子が使用される。上記研磨砥粒の砥粒の粒径は、目的とする生体材料の研磨仕上り面の性状によって異なるが、概略平均粒径が0.01～50 $\mu$ m程度であり、また粒度分布の幅が狭いものが好ましい。特に、研磨面の仕上り精度を高めるためには、平均粒径が10 $\mu$ m以下、好ましくは5 $\mu$ m以下の砥粒を用いることが好ましく、また研磨面の均一性を高めるために粒度が揃った砥粒粒子を使用することが、さらに好ましい。これら研磨砥粒の種類、粒径、粒度は、生体材料に要求される生体適合性や研磨精度により、適宜選択される。

【0034】なお、上記生体適合性を有するバイオセラミックス粒子と研磨砥粒との配合比は、各粒子径の大きさによっても異なるが、相対的に粗大なバイオセラミックス粒子の表面全体を微細な研磨砥粒が覆うような比率

で配合することが望ましい。

【0035】本発明に係る生体材料研磨用複合砥粒は、前記生体適合性を有するバイオセラミックス粒子表面を、生体適合性を有する研磨砥粒で被覆するように高速気流中衝撃法によって研磨砥粒をバイオセラミックス粒子表面に固定することによって製造される。

【0036】図1および図2は、それぞれ上記複合砥粒を製造するために使用する高速気流中衝撃式の粉体表面改質装置（ハイブリダイザー）1の構成例を示す系統図および要部側断面図である。この粉体表面改質装置1は、乾式で、かつ機械的手段を用いて、核となる固体粒子（母粒子）の表面に、母粒子よりも粒径が小さい他の固体粒子（子粒子）を強固に固定化することにより、機能性複合化粒子を短時間で効率よく製造するために開発された装置である。

【0037】この粉体表面改質装置1は、本体ケーシング2と、その後部カバー3および前部カバー4と、ケーシング2内において高速回転するローター5と、ローター5の外周部に所定間隔をおいて放射状に周設されたハンマー型またはブレード型の衝撃ピン6と、ローター5をケーシング2内において回転可能に軸支持する回転軸7と、上記衝撃ピン6の最外周軌道面に沿い、かつ衝撃ピン6に対して一定の空間をおいて周設された衝突リング8とを備えて構成される。

【0038】上記衝突リング8としては、凹凸型または円周平面型などの各種形状のリングが適宜使用される。改質対象物の種類や表面改質装置の処理容量によっても異なるが、衝撃ピン6の最外周軌道面と衝突リング8とのギャップは0.5～20mmに調整される。また上記衝突リング8の上部を一部切り欠いて設けた改質粉体排出口に密接して嵌合する開閉弁9が設けられ、さらに開閉弁9の弁軸10と、この弁軸10を介して開閉弁9を駆動操作するアクチュエータ11とが付設されている。

【0039】また衝突リング8の内壁の一部に開口する入口12aと、ローター5の中心部に位置する前カバー4に開口する出口12bとを連絡して閉回路を形成する循環回路12と、原料ホッパー13と、この原料ホッパー13と循環回路12とを連絡する原料供給用シュート14と、このシュートの途中に設けられた開閉弁15と、ローター5の外周と衝突リング8との間に設けられた衝撃室16とが付設形成されている。

【0040】また開閉弁9の二次側には改質粉体排出管17と、バッグコレクター18とが付設される。また、予め母粒子に子粒子を予備的に付着させ混合粉体とする必要がある場合に使用する各種ミキサーや自動乳鉢等の公知のプレプロセスャー19と、上記プレプロセスャー19で得られた混合粉体を表面改質装置1に定量供給するための原料計量フィーダー20とが付設される。

【0041】なお上記の粉体表面改質装置1は、図示しない時限制御装置によって自動回分運転が可能のように

設計されている。また、上記表面改質装置1を長時間運転する場合、または処理容量が大きくなる場合においては、前記バッグコレクター18に代えてサイクロンなどの粉体分離装置を配設したり、複数のバッグフィルターを並列に接続したり、図示しない排風機を使用して改質粉体を排出することも可能となるように構成されている。

【0042】図1～2に示す粉体表面改質装置1は、完全回分式の改質装置であるため、装置内の雰囲気温度は、粉体処理時間の経過とともに上昇する場合がある。そこで、衝突リング8内部にジャケット21を形成し、このジャケット21内に冷却水等を流通させることにより、衝撃室16および循環回路12内の温度を一定に制御できるように構成しておくことが好ましい。また予め衝撃室16および循環回路12内を不活性ガスによって置換しておくことによって、本装置による粒子の固定化処理を不活性ガス雰囲気中で実施することも可能である。また本発明方法で使用する粉体表面改質装置1において、粉体が接触する部分（いわゆる接粉部）、特にローター5の表面、衝撃ピン6、衝撃リング8、および循環回路12の内面を構成する材料として、アルミナ、ジルコニア等の生体安全性を有する材料を使用することが好ましい。

【0043】上記粉体表面改質装置1を使用して異種粒子の固定化処理を実施する場合は、次のような操作要領で装置を運転する。

【0044】まず、原料供給用シュート14の途中に配設された開閉弁15を閉状態とし、また改質粉体排出口の開閉弁9も閉状態として、図示しない駆動手段によって回転軸7を駆動し、例えば外周速度を60～100m/sec程度でローター5を回転させる。このとき、衝撃ピン6の回転に伴って急激な空気の流れが生じ、この空気の遠心力に基づくファン効果によって、衝突リング8の内壁の一部に開口する入口12aから、循環回路12を経由して前部カバー4の中心部に開口する出口12bから衝撃室16に戻る循環流れが形成される。

【0045】この気流は完全な自己循環流れであり、この際発生する単位時間当りの循環風量は、衝撃室と循環系との全容積に比較して極めて大量であるため、この循環系に短時間のうちに莫大な回数の空気流循環サイクルが形成される。例えば、外径118mmのローターを80m/secの外周速度で回転させた場合の循環風量は0.48m<sup>3</sup>/minであり、単位時間当りの空気流循環サイクル数は774回/minである。この循環風量はローターの外周速度に比例するので、単位時間当りの空気循環サイクル数もローターの外周速度に比例して増加する。

【0046】ここで本発明方法で行う固定化処理を実施する場合には、ローターの外周速度は30～150m/secの範囲、より好ましくは40～80m/secの範囲に設定することが好ましい。外周速度が30m/sec未

満の場合には、循環回路に十分な空気流が発生せず、特に比重差が大きい粒子を処理する場合に処理時間が長くなり、また粒子の固定化に必要な十分な衝撃力を付与することが困難であり、処理効率が低下する。一方、150m/secを超える外周速度を得ることは、装置構成上の制約があり、機械構造上困難であるとともに、母粒子となる生体適合性を有する粒子が破壊（粉碎）され易くなる。固定化処理は1～5分程度で完了する。

【0047】上記のような循環流を形成した状態で、次に開閉弁15を開き、母粒子と子粒子との混合粉体を計量フィーダー20を経由して原料ホッパー13内に短時間で投入すると、混合粉体は原料ホッパー13および原料供給用シュート14を経て衝撃室16に進入する。そして原料ホッパー13内に混合粉体が残留していないことを確認した後に開閉弁15を閉止する。なお、自動回分運転を行う場合は、予め混合粉体の投入に必要な時間を測定しておき、時限制御装置に入力しておく。

【0048】そして衝撃室16内に導入された混合粉体は、衝撃室16内で高速回転するローター5に付設された衝撃ピン6によって瞬間的な打撃作用を受け、さらに周辺の衝突リング8に衝突する。そして前記循環気流に同伴され、循環回路12を巡って再び衝撃室16に戻り、再度同様の打撃作用を受ける。このようにして打撃作用を繰り返して受けることにより、数十秒間～数分間の短時間で均一な固定化処理が実行される。その結果、図3に示すように、母粒子となる生体適合性を有するバイオセラミックス粒子30の表面に、子粒子である研磨砥粒31を強固に固定化でき、母粒子30表面に子粒子31を均一に被覆した複合砥粒40が形成される。

【0049】上記固定化処理が終了した後に、開閉弁15を開くとともに、改質粉体排出口の開閉弁9を破線で示す位置に移動させて開き、複合砥粒を排出する。この複合砥粒は、粒子自身に作用している遠心力によって数秒間という短時間の間に衝撃室16および循環回路12を経て装置本体から排出され、さらに排出管17を経由してバッグコレクター18にて捕集される。

【0050】こうして高速気流中衝撃法に基づく粉体表面改質装置1によって製造された複合砥粒40は、従来の混合装置によって調製された混合砥粒のように単に母粒子表面に子粒子が付着した（まぶされた）状態にある、いわゆるオーダードミックスチャーではなく、母粒子表面に子粒子が埋設されて強固かつ緻密に固定化された複合砥粒である。そのため、得られた複合砥粒を加圧成形したり、加熱処理を実施した場合においても複合化した2成分が再分離したり、各成分が凝集して粗大粒を形成することが少ない。

【0051】上記のように調製した複合砥粒は、そのままの状態で遊離砥粒としてラッピング処理やポリッシング処理に使用できるが、さらに上記複合砥粒を、各種基材表面に結合剤を介して弾性的に支持固定してフィルム



状研磨材やディスク型研磨材（研磨工具）として使用することも可能である。

【0052】すなわち、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリイミド、ポリカーボネートなどのフィルム状基材表面に上記複合砥粒を固定化することにより、研磨フィルムを形成することができる。

【0053】また、紙、硬質ゴム、軟質合成樹脂および金属などのディスク状基材表面に上記複合砥粒を固定化することにより、ディスク型研磨材が得られる。

【0054】ここで上記、結合剤としては、生体材料に対して毒性が少ない合成ゴム、合成樹脂などの合成高分子、化学処理生体材料および天然高分子などが使用される。上記合成ゴムの具体例としては、ポリ塩化ビニル、シリコン、ポリウレタン、ポリオレフィンなどがあり、合成樹脂の具体例としては、ポリ塩化ビニル、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリエチレン、ヒドロキシエチルメタクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリビニルアルコール、テフロン、ポリスルホン、ポリエステル、ポリプロピレン、ナイロン、ポリグリコール酸などがある。

【0055】上記のように製造された複合砥粒はバインダー樹脂などの結合剤と硬化剤と溶剤と混合されて塗工液とされ、この塗工液が適当な塗布手段によってフィルム状基材やディスク状基材表面に塗布される。上記塗布手段としては、例えばグラビアコーター、ブレードコーター等のロールコーターが使用される。そして塗布した塗工液を加熱乾燥し、結合剤としての樹脂成分を硬化せしめることにより、複合砥粒が基材表面に一体的に固定されたフィルム状またはディスク状の生体材料研磨材が調製される。

【0056】ここで上記塗工液の塗布厚さは5～100μm程度に設定される。この塗工液の塗布厚さの大小により、基材表面に単層または多層の研磨砥粒層が形成される。図5はフィルム状基材32の表面に複合砥粒40を2層以上に配列して形成した多層構造のフィルム状研磨材34bの断面図である。

【0057】図5に示す研磨材34bにおいては、結合剤33としてのバインダー樹脂が複合砥粒40を覆うように基材32表面に存在する。そのため複合砥粒40で被研磨材を研磨加工する際に被研磨材側に樹脂成分が移行し易い。そのため、バインダー樹脂としては生体に影響が少ないアクリル系樹脂などの医用高分子材を使用することが好ましい。

【0058】また研磨材の他の製造方法として、まず、基材表面に結合剤としてのバインダー樹脂を塗布し、しかる後に複合砥粒を静電気付着法によって固定化する方法も可能である。図4は、このような方法によって調製された研磨材を示し、フィルム状基材32表面に結合剤33としてのバインダー樹脂を形成し、その上面に複合砥粒40を、単層に配列したフィルム状研磨材34aを

示す断面図である。

【0059】図4に示す研磨材34aにおいては、基材32上に固定された複合砥粒40は単層構造となり、複合砥粒40の上側半分にはバインダー樹脂が存在しないため、研磨加工時にバインダー樹脂が被研磨物方向に移行、付着するおそれは少ない。したがってバインダー樹脂の選択範囲は、図5に示す研磨材34bと比較して広がるが、部分的には、複合砥粒40の上側にもバインダー樹脂が存在することもあり得るので、一般的に生体に影響が少ないポリエステル、ポリウレタンやその共重合体が好適である。またバインダー樹脂の基板への塗布厚さは、複合砥粒40の直径以下にする。

【0060】本願発明の目的は、上記複合砥粒およびその複合砥粒を基材に一体に固定した研磨材によって達成される他に、以下のような形態の研磨材によっても同様に達成される。すなわち、前記生体適合性を有するバイオセラミックス粒子と研磨砥粒とから成る混合砥粒を加圧成形・焼結し、バイオセラミックスから成るマトリックス焼結体に生体適合性を有する研磨砥粒を分散した研磨材あるいは前記バイオセラミックス粒子と研磨砥粒と必要に応じて部分安定化ジルコニア（PSZ）などの高靱性セラミックス粒子とから成る複合砥粒を加圧成形・焼結した研磨材によっても同様な作用効果を発揮させることができる。

【0061】上記バイオセラミックス粒子と研磨砥粒とから成る混合砥粒は、例えば高速攪拌型混合機によって調製される。高速攪拌型混合機は、円筒状の容器下部において高速回転する複数の攪拌羽根を取り付けて構成され、容器内に投入された原料混合体を、1～5分間程度の短時間の操作で均一に分散混合できる。また上記複合砥粒は、前記高速気流中衝撃法を利用した粉体表面改質装置によって調製される。

【0062】上記加圧成形法としては、通常の金型プレス装置を使用した一軸加圧（UAP）成形法や混合粉体に等方的に成形圧を付与する冷間静水圧（CIP）成形法を採用することができる。なお、上記成形操作と焼結操作とを同時に行うホットプレス（HP）法や熱間静水圧（HIP）法を利用することもできる。

【0063】上記の一軸加圧成形後に焼結を行う場合には、まず混合粉体を成形圧力10～200MPaで1～15分間加圧成形し、次に得られた成形体をアルゴンガスなどの非酸化性雰囲気中で温度900～1500℃で1～3時間焼結する。

【0064】また冷間静水圧（CIP）成形後に焼結を行う場合には、まず混合粉体を10～100MPaで一軸加圧成形し、その後20～300MPaの圧力で1～15分間等方的に圧縮して成形体とし、得られた成形体を同じく温度900～1500℃で1～3時間焼結する。

【0065】さらにホットプレス法で成形操作と焼結操



作とを同時に実施する場合には、アルゴンガス等の非酸化性雰囲気において混合粉体を、圧力20～100MPa、温度700～1450℃の条件で5～30分間加圧焼結するとよい。

【0066】上記各種成形焼結法のうち、特にホットプレス（HP）法によれば、比較的焼結温度が低く、焼結時間を短くしても緻密な焼結体が得られ易い特徴を有している。ここで、生体適合性を有する粒子としてヒドロキシアパタイト（HAP）粒子と研磨砥粒とを使用する一方、高韌性セラミックス粒子として部分安定化ジルコニア（PSZ）を使用して焼結する場合、一般的にPSZの添加によりHAP粒子の一部がリン酸三カルシウムに変化し、またPSZの結晶変化が生じ易い。しかし上記ホットプレス法の特徴により、これらの変化を抑制、防止できる利点がある。

【0067】特に、バイオセラミックス粒子の外表面に研磨砥粒を固定して形成した複合砥粒の外表面に、さらに研磨砥粒よりも粒径が小さく、生体適合性を有する部分安定化ジルコニア（PSZ）粒子などの高韌性セラミックス粒子を複合化した複合砥粒を加圧成形後、焼結して研磨材とした場合には、研磨材組織中に上記高韌性セラミックス粒子から成る連続相が形成される。したがって、研磨砥粒の保持強度および研磨材の韌性が高くなり、寿命が長く耐久性に優れた研磨材が得られる。

【0068】本発明に係る生体材料研磨用複合砥粒および研磨材によれば、生体活性を有するバイオセラミックスを構成材として含有しており、被研磨物である生体材料を研磨したときにバイオセラミックス成分を生体材料に積極的に付着させることができる。したがって、生体材料を生体内に埋植した場合に、生体組織の親和性が良好となり、生体材料の癒合強度を大幅に改善することができる。

【0069】また、バイオセラミックス粒子表面に研磨砥粒が強固に固定されているため、研磨砥粒が凝集して粗大な砥粒が形成されることがない。そのため、生体材料を研磨加工しても粗大な研磨痕が形成されず、高精度な表面仕上がりが得られる。さらに研磨砥粒の脱落が少ないため、長寿命で耐久性に優れた研磨材が得られる。

【0070】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施形態について以下に示す実施例を参照して、より具体的に説明する。

【0071】まず、下記手順に従ってバイオセラミックス粒子と研磨砥粒とを複合化して複合砥粒を調製した。すなわち、生体活性を有するバイオセラミックス粒子として、最大粒径が20μm、平均粒径が9.32μmの球状ヒドロキシアパタイト（HAP）粒子（三菱マテリアルK. K. 製）を用意し、前処理として温度800℃で2時間加熱処理することにより、粒子に吸着していた水分および揮発性不純物を除去するとともに、仮焼体にして構造強度を高めた。

【0072】図6は上記前処理を実施した球状HAP粒子の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真である。球状HAP粒子は粒径が0.5μm程度の微細な一次粒子の集合体から成り、その表面には多数の凹凸が存在することが観察できる。なお前処理の加熱前後において粒子の形状および粒径の変化は認められなかった。また、HAP粒子の化学組成についても加熱前後において変化はなく、CaO：55.8%とP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>：42.3%との分析値から算出したCa/Pモル比はHAPのCa/Pモル比の理論値1.67に一致した。HAPを用いて焼結体をつくる場合には、Ca/Pモル比が、理論値から下に離れないことと、結晶化度が十分に高いことが重要である。

【0073】一方、研磨砥粒として平均粒径0.1μmのダイヤモンド粒子（De Beers社製）を用意し、前処理としてアルゴンガス雰囲気中で温度1000℃で2時間加熱処理して吸着水および揮発性不純物を除去した。図7は上記前処理を実施したダイヤモンド粒子の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真である。

【0074】次に、上記のように前処理した球状HAP粒子とダイヤモンド粒子とを、その配合比が重量割合で10：3となるように秤量して高速攪拌型混合機（O. M. ダイザー：K. K. 奈良機械製作所製OMD-O型）で混合してダイヤモンド粒子による球状HAP粒子の被覆を行い混合砥粒（オーダード ミックスチャー）を調製した。ここで高速攪拌型混合機のブレード回転数は800rpm、ブレード周速度は2.5m/sec、処理時間は5分間とした。

【0075】次に上記のように調製した混合砥粒を、前記図1および図2に示すような高速気流中衝撃式の粉体表面改質装置（ハイブリダイザー、HYB-O型、K. K. 奈良機械製作所製）にて処理することにより、相対的に粗大な球状HAP粒子表面を微細なダイヤモンド粒子で被覆するようにダイヤモンド粒子を強固に固定化（複合化）処理（以下、HYB処理という）して、図3に示すような実施例用の複合砥粒を調製した。なお、改質装置（ハイブリダイザー）における処理条件は、ローター回転数を10000rpm、ローター周速度を60m/sec、処理時間を5分間に設定した。

【0076】図8はHAP粒子とダイヤモンド粒子との配合比が10：3である混合砥粒を複合化処理して形成した複合砥粒の粒子構造を示す電子顕微鏡写真であり、いずれも粗大な球状HAP粒子表面を完全に被覆するようにダイヤモンド粒子が強固に固定化されていることがわかる。特にダイヤモンド粒子の平均粒径が0.1μmと微細であるため、高速気流中衝撃法による複合化の過程で衝撃力によりダイヤモンド粒子が球状HAP粒子表面の凹部に食い込み、いわゆるメカニカルアンカリング（メカニカルインターロッキング）効果によってHAP粒子とダイヤモンド粒子とが十分な接合強度をもって複

合化していることが容易に推察される。

【0077】一方、比較例として、高速気流中衝撃法による複合化を実施せず、前記のようにHAP粒子とダイヤモンド粒子との配合比を10:3にした原料混合体を通常の混合法に従って処理し、比較例用の混合砥粒を調製した。すなわち、各原料混合体を高速攪拌型混合機(OMD-0型、K. K. 奈良機械製作所製OMダイザー)にて混合処理することにより、比較例用の混合砥粒を調製した。

【0078】ここで上記高速攪拌型混合機は、円筒状の混合容器の底部に、高速回転する攪拌羽根(ブレード)を装着した構造を有し、複数の異種原料粉末を1~3分間程度の短時間で均一に分散混合(以下OMD処理という。)するために一般的に使用される攪拌型混合機である。

複合砥粒	100重量部
バインダー樹脂(ポリメチルメタアクリレート)	40重量部
硬化剤(ポリイソシアネート)	5重量部
溶剤(メチルエチルケトン)	55重量部

【0083】そして、上記組成比のバインダー樹脂と硬化剤と溶剤とから成る混合液を、上記基材としてのPET樹脂フィルム上に厚さ約10 $\mu$ mで塗布した後に、静電気付着法を使用して複合砥粒を樹脂層に付着させ、温度60℃で48時間熱処理することにより樹脂層を硬化せしめることにより、図4に示すような実施例1に係る研磨材(研磨フィルム)34aを調製した。

【0084】図9は上記のように調製した研磨材(研磨フィルム)の積層部の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真である。図4および図9に示すように、実施例1に係る研磨フィルム34aにおいて、複合砥粒40の核となるHAP粒子の表面はダイヤモンド粒子によって完全※

複合砥粒	100重量部
バインダー樹脂(ポリメチルメタアクリレート)	70重量部
硬化剤(ポリイソシアネート)	10重量部
溶剤(メチルエチルケトン)	120重量部

【0087】そして、上記組成比の複合砥粒とバインダー樹脂と硬化剤と溶剤とから成る塗工液を、上記基材としてのPET樹脂フィルム上に厚さ10~20 $\mu$ mの範囲で塗布した後に、温度60℃で48時間熱処理することにより樹脂層を硬化せしめることにより、図5に示すような実施例2に係る研磨材(研磨フィルム)34bを調製した。

【0088】図10は上記のように調製した実施例2に係る研磨材(研磨フィルム)の積層部の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真である。図5および図10に示すように、実施例2に係る研磨フィルム34bにおいて

\*【0079】なお上記比較例の混合砥粒を調製するための高速攪拌型混合機の処理条件は、攪拌ブレード回転数を800rpm、攪拌ブレード周速度を2.5m/sec、処理時間を5分間に設定した。

【0080】次に上記のように調製した実施例に係る複合砥粒および比較例に係る混合砥粒を基材表面に固定して研磨材(研磨フィルム)を製造した。

#### 【0081】実施例1

基材として厚さ75 $\mu$ mのPET(ポリエチレンテレフタレート)樹脂フィルムを用意する一方、前記のように調製した複合砥粒に対して下記のような割合で結合剤としてのバインダー樹脂、硬化剤および溶剤を秤量した。

【0082】

【外1】

※に被覆されている構造が確認できる。また図9に示すように、複合砥粒は、黒色を呈するバインダー樹脂を塗布したフィルム基材上に単粒子層状に固定されている構造が観察できる。

#### 【0085】実施例2

基材として厚さ75 $\mu$ mのPET(ポリエチレンテレフタレート)樹脂フィルムを用意する一方、前記のように調製した複合砥粒100重量部に対して下記のような割合で結合剤としてのバインダー樹脂、硬化剤および溶剤を添加して均一に混合し塗工液を調製した。

【0086】

【外2】

40★は、塗工液の塗布厚さによってフィルム状基材32表面上に1層または2層構造で複合砥粒40を固定することが可能であった。また各複合砥粒40の表面は結合剤33としてのバインダー樹脂で被覆されていた。

【0089】上記実施例1~2に係る研磨フィルムによれば、微細な研磨砥粒が粗大なHAP粒子外表面に凝集せずに強固に固定されているため、インプラント材料などの被研磨物の表面を高い仕上り精度で研磨することができる。また研磨時に生体活性を有するHAP粒子がインプラント材料に積極的に付着させることができ、ポリシング加工を行ないながらインプラント材料の生体活性

化表面処理を行うことが可能になる。

【0090】また溶融して、被研磨物表面に付着するバインダー樹脂が少なく、生体為害性が少ないインプラント材料を形成できる。さらに研磨屑による研磨フィルムの目詰りが少なく、研磨材の寿命および耐久性を大幅に延ばすことが可能である。特に研磨砥粒の凝集がないため、被研磨物に研磨痕を発生させて強度低下を招くことも少ない。

【0091】さらに研磨砥粒とHAP粒子との結合強度が高いため、砥粒の脱落が少なく、研磨フィルムの寿命

【0092】一方、高速気流中衝撃法による複合固定化処理を実施せずに従来の混合法によって球状HAP粒子とダイヤモンド粒子とを混合して調製した比較例の混合砥粒を使用した研磨フィルムにおいては、球状HAP粒子とダイヤモンド粒子との結合強度が低いため、研磨フィルムの寿命が実施例に係る研磨材と比較して45～65%の範囲であった。

【0093】次に生体活性を有するバイオセラミックスから成るマトリックス焼結体に研磨砥粒が分散している

#### 【0094】実施例3

生体活性を有するバイオセラミックス粒子として平均粒径が12 $\mu$ mのヒドロキシアパタイト（HAP）粒子（シグマ社製不定形HAP凝集体）を用意する一方、研磨砥粒として、それぞれ粒径範囲が1～2 $\mu$ m（試料1）、3～6 $\mu$ m（試料2）、6～12 $\mu$ m（試料3）、20～30 $\mu$ m（試料4）および30～40 $\mu$ m（試料5）の5種類のダイヤモンド粒子（DeBee社製）を用意し、実施例と同様に加熱による前処理

【0095】なお、上記シグマ社製のHAP粒子について粉末法X線回折装置（株式会社マックスサイエンス社製\*

\*MXP3型）を使用して成分分析を行ったところ、不純物としてリン酸水素カルシウム無水和物（CaHPO<sub>4</sub>）が約20重量%と多量に含有されていることが確認された。

【0096】次に上記HAP粒子と各ダイヤモンド粒子とを、その配合比が重量割合が10：3となるように配合混合して、それぞれ砥粒径が異なる5種類の混合砥粒を調製した。なお、上記混合操作は、高速攪拌型混合機（OMダイザー：K. K. 奈良機械製作所製OMD-O型）を用い、ブレード回転数を800rpm、ブレード周速度を2.5m/sec、処理時間を5分間に設定して実施した。

【0097】次に得られた各混合砥粒を一軸加圧成形機（アプライドパワージャパン製WPM-2型）の内径15mmのダイス中に充填し、9.8MPaの加圧力で5分間一軸加圧して直径15mm×高さ11.77～13.05mmの円筒形状の成形体を得た。

【0098】次に得られた各成形体を焼結する工程に移る。ここで上記成形体を、酸素が微量でも存在する雰囲気中で焼結するとダイヤモンド粒子が酸化されてしまうため、ホットプレス装置（ネムス社製）を用い、炉内を十分に脱気した後にアルゴン雰囲気中に調整した上で、上記各成形体を温度1150℃で2時間焼結して実施例3に係る各生体材料研磨材を製造した。

【0099】次に上記各生体材料研磨材をポイント型研磨材に加工し、歯科用回転研磨工具の先端部に装着し、10000rpmの回転数で生体材料となる歯科用長石ポーセレン（組成式Na<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>6</sub>O<sub>18</sub>）を研磨加工し、仕上げた研磨面の表面粗さ（JIS B 0601で規定する算術平均粗さ：Ra）を測定して下表1に示す結果を得た。

【0100】

【表1】

試料№	研磨砥粒粒径範囲 ( $\mu$ m)	生体材料の仕上げ面の 表面粗さRa ( $\mu$ m)
1	1 ~ 2	—
2	3 ~ 6	0.06
3	6 ~ 12	0.01
4	20 ~ 30	0.12
5	30 ~ 40	0.11

【0101】上記表1に示す結果から明らかなように、試料2～5に係る研磨材によれば、生体材料の仕上げ面の表面粗さがいずれも小さく高い仕上がり精度の研磨面が得られた。また試料2～5に係る研磨材を使用した生体材料の表面には顕微鏡レベルの超微細なHAP粒子が強く付着しており、特に試料3の研磨材を使用した生体材料では材料表面にHAPが付着している状態が肉眼でも明瞭に観察できた。したがって、生体材料を生体内に※50

※埋植した場合に優れた親和性（癒合強度）を得ることができる。

【0102】一方、粒径が1～2 $\mu$ mと超微細なダイヤモンド粒子を研磨砥粒として使用した試料1に係る研磨材においては、ある程度の強度を有する焼結体が得られなかった。

【0103】これは、砥粒としてのダイヤモンド粒子の粒径径が、HAP粒子の粒径径と比較して極端に小さく

なると、従来の攪拌混合法(OMD処理)による混合を行った場合であっても、HAP粒子の全表面をダイヤモンド粒子が緻密に覆う傾向が強くなり、加圧・成形後に焼結を行なう場合は、焼結が困難になるためと考えられる。

【0104】次に、バイオセラミックス粒子と研磨砥粒と選択的に添加される高靱性セラミックス粒子とから成る混合砥粒あるいは複合砥粒を加圧成形・焼結して得た研磨材の実施例について説明する。

#### 【0105】実施例4

生体活性を有する粒子として、最大粒径が $20\mu\text{m}$ 、平均粒径が $9.32\mu\text{m}$ の球状ヒドロキシアパタイト(HAP)粒子(三菱マテリアルK.K.製)を用意し、前処理として温度 $800^\circ\text{C}$ で2時間加熱処理することにより、粒子に吸着していた水分および揮発性不純物を除去するとともに、仮焼体にして構造強度を高めた。

【0106】また、研磨砥粒として平均粒径 $1\sim2\mu\text{m}$ のダイヤモンド粒子(De Beers社製)を用意した。

【0107】一方、生体適合性を有する高靱性セラミックス粒子として、イットリア( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )を3モル%含有する平均粒径 $0.12\mu\text{m}$ の部分安定化ジルコニア(PSZ)粉末(旭化成工業K.K.製、PSZ-TZ-3Y)を用意し、前処理として温度 $1000^\circ\text{C}$ で2時間加熱処理して吸着水および揮発性不純物を除去した。

【0108】次に上記のように前処理した球状HAP粒子とダイヤモンド粒子とPSZ粉末とを、その配合比が重量割合でそれぞれ下記表2に示す値となるように配合して3種類の配合比を有する混合砥粒および複合砥粒をそれぞれ調製した。

#### 【0109】

【表2】

試料No.	原料の配合比 (重量比)			砥粒の形態
	HAP	ダイヤモンド	PSZ	
6	10	3	0	混合砥粒
7	10	3	0	複合砥粒
8	10	3	3	複合砥粒

【0110】上記試料6は、前記高速攪拌型混合機(OMD-O型、K.K.奈良機械製作所製OMダイザー)にて混合処理(OMD処理という。)することにより混合砥粒として調製した。なお、高速攪拌型混合機の処理条件は、攪拌ブレード回転数を $800\text{rpm}$ 、攪拌ブレード周速度を $2.5\text{m/sec}$ 、処理時間を5分間に設定した。

【0111】一方、上記試料7は、上記OMD処理による混合を行った後に、さらに前記図1および図2に示すような高速気流中衝撃式の粉体表面改質装置(ハイブリダイザー、HYB-O型、K.K.奈良機械製作所製)にて処理することにより、相対的に粗大な球状HAP粒

子表面を微細な研磨砥粒としてのダイヤモンド粒子で被覆するようにダイヤモンド粒子を固定化(複合化)処理(以下、HYB処理という)して試料7用の複合砥粒を調製した。

【0112】試料8は、上記OMD処理による混合とHYB処理によるダイヤモンド粒子の複合化とを実施してHAP/ダイヤモンド複合砥粒を調製した後に、さらにその表面にHYB処理することによりPSZ粉末を固定化してHAP/ダイヤモンド/PSZから成る複合砥粒を調製した。なお、改質装置(ハイブリダイザー)における処理条件は、ローター回転数を $10000\text{rpm}$ 、ローター周速度を $60\text{m/sec}$ 、処理時間を5分間に設定した。

【0113】次に上記のように調製した試料6用の混合砥粒および試料7、8用の複合砥粒をホットプレス装置(ネムス社製)に充填し、混合砥粒または複合砥粒を $20\text{MPa}$ の加圧力で押圧すると同時にアルゴンガス雰囲気中で温度 $1150^\circ\text{C}$ で15分間加熱焼成して、寸法が $6.5\times5.0\times5.0\text{mm}$ の焼結体から成る研磨剤をそれぞれ調製した。

【0114】図11～13はそれぞれ試料6～8に係る焼結体から成る生体材料研磨材の研磨面の粒子構造を走査型レーザー顕微鏡(Lasertech社製1LM21型)によって撮影した顕微鏡写真である。

【0115】図11および図12に示すように、HAP/ダイヤモンドの2成分系焼結体から成る試料6～7の研磨材の粒子構造において、円形状部分がHAP粒子であり、その周辺部分には研磨砥粒としてのダイヤモンド粒子が一体に固定されている。なお、ホットプレス処理を実施することにより、ダイヤモンド粒子がHAP粒子内に埋没するために、HAPの連続相が形成される。

【0116】一方、図13に示すように、HAP/ダイヤモンド/PSZの3成分系焼結体からなる試料8の研磨材の粒子構造において、円形部分がHAP粒子であり、その周辺部分をダイヤモンドおよびPSZ層が被覆するように形成されている構造が観察される。

【0117】上記実施例4(試料6～7)に係る研磨材の機械的強度は、いずれもシグマ社製のHAP粒子を焼結体原料として形成した実施例3の研磨材と比較して約1.2～2.0倍の値を示している。特に高靱性セラミックス粒子であるPSZを使用した試料8に係る研磨材の機械的強度は、実施例3の研磨材と比較して約2.5～3.0倍と高い値を示し、強固な焼結体が形成されていることが確認できた。

【0118】上記実施例4(試料6～8)に係る各研磨材によれば、生体適合性を有する材料でマトリックス焼結体および砥粒を形成しているため、インプラント材料などの生体材料表面を研磨材で研磨加工した場合においても、生体材料を不純物で汚染する等の悪影響を与える虞がない。また生体活性を有するHAP粒子を含有して

いるため、研磨時に生体材料表面にHAP成分を積極的に付着させることができ、生体材料の生体に対する親和性（癒合性）を高めることができる。

【0119】また、HAP粒子とダイヤモンド粒子とを高速気流中衝撃法によって複合化した複合砥粒を使用した場合には、HAP粒子とダイヤモンド粒子との結合強度が高く、砥粒の脱落が少なく、被研磨物の表面を効率的に研磨でき、研磨材としての寿命および耐久性を大幅に延伸することが可能になった。

【0120】

【発明の効果】以上説明の通り、本発明に係る生体材料研磨用複合砥粒および研磨材によれば、生体適合性を有するバイオセラミックス粒子表面に研磨砥粒が強固に固定されているため、研磨砥粒が凝集して粗大な砥粒が形成されることがない。そのため、生体材料を研磨加工しても粗大な研磨痕が形成されず、高精度な表面仕上りが得られる。さらに研磨砥粒の脱落が少ないため、長寿命で耐久性に優れた研磨材が得られる。

【0121】また、生体活性を有するバイオセラミックスを構成材として含有しており、被研磨物である生体材料を研磨したときにバイオセラミックス成分を生体材料に積極的に付着させることができる。したがって、生体材料を生体内に埋植した場合に、生体組織の親和性が良好となり、生体材料の癒合強度を大幅に改善することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法において複合砥粒を製造するために使用する粉体表面改質装置の構成例を示す正面図。

【図2】図1に示す表面改質装置の本体部分の側断面図。

【図3】本発明に係る複合砥粒と、その製造工程とを示す図。

【図4】本発明に係る研磨材の一実施例であり、単層の砥粒層を形成した研磨フィルムの構造を示す断面図。

【図5】本発明に係る研磨材の他の実施例であり、多層の砥粒層を形成した研磨フィルムの構造を示す断面図。

【図6】球状HAP粒子の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真。

【図7】本発明方法で使用した研磨砥粒（ダイヤモンド）の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真。

【図8】本発明方法によって調製した複合砥粒の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真。

【図9】図8に示す複合砥粒をフィルム状基材表面に固定して形成した研磨フィルムの粒子構造を示す走査型電

子顕微鏡写真。

【図10】図8に示す複合砥粒をフィルム状基材表面に固定して形成した研磨フィルムの他の実施例の粒子構造を示す走査型電子顕微鏡写真。

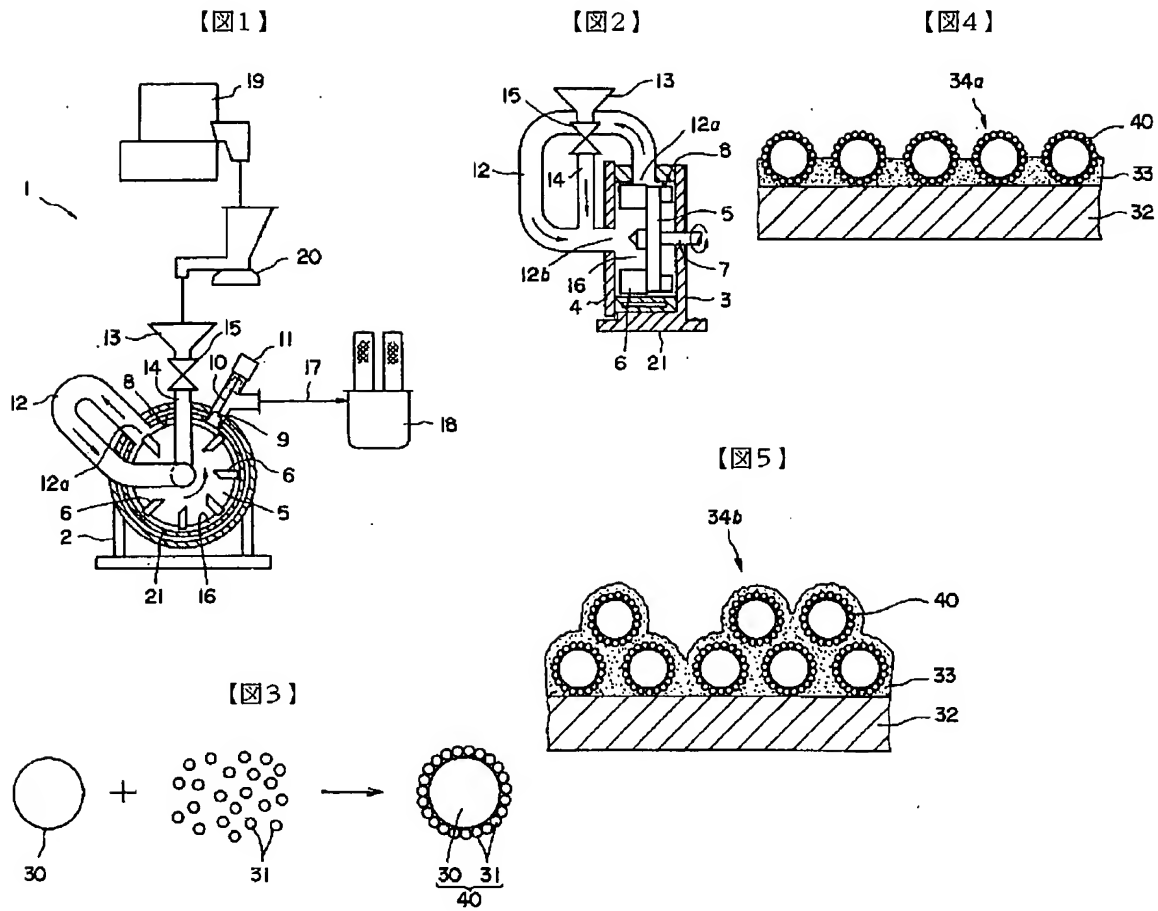
【図11】HAP／ダイヤモンド混合砥粒の焼結体から成る生体材料研磨材の研磨面の粒子構造を示す走査型レーザ顕微鏡写真。

【図12】HAP／ダイヤモンド複合砥粒の焼結体から成る生体材料研磨材の研磨面の粒子構造を示す走査型レーザ顕微鏡写真。

【図13】HAP／ダイヤモンド／PSZ複合砥粒の焼結体から成る生体材料研磨材の研磨面の粒子構造を示す走査型レーザ顕微鏡写真。

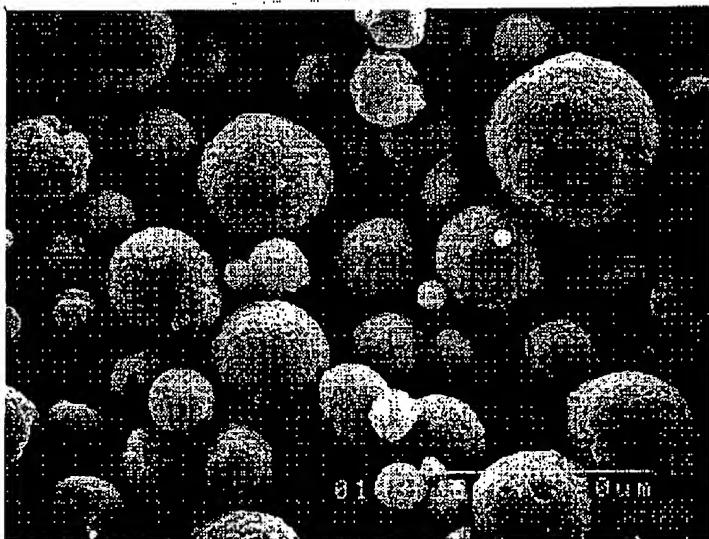
【符号の説明】

- 1 粉体表面改質装置（ハイブリダイザー）
- 2 本体ケーシング
- 3 後部カバー
- 4 前部カバー
- 5 ローター
- 6 衝撃ピン
- 7 回転軸
- 8 衝突リング
- 9 開閉弁
- 10 弁軸
- 11 アクチュエータ
- 12 循環回路
- 12a 入口
- 12b 出口
- 13 原料ホッパー
- 14 原料供給用シュート
- 15 開閉弁
- 16 衝撃室
- 17 改質粉体排出管
- 18 バックコレクター
- 19 プレプロセッサ
- 20 原料計量フィーダー
- 21 ジャケット
- 30 生体適合性を有するバイオセラミックス粒子（母粒子）
- 31 研磨砥粒（子粒子）
- 32 基材（フィルム状基材）
- 33 結合剤（バインダー樹脂）
- 34a, 34b 研磨材（研磨フィルム）
- 40 複合砥粒



【図6】

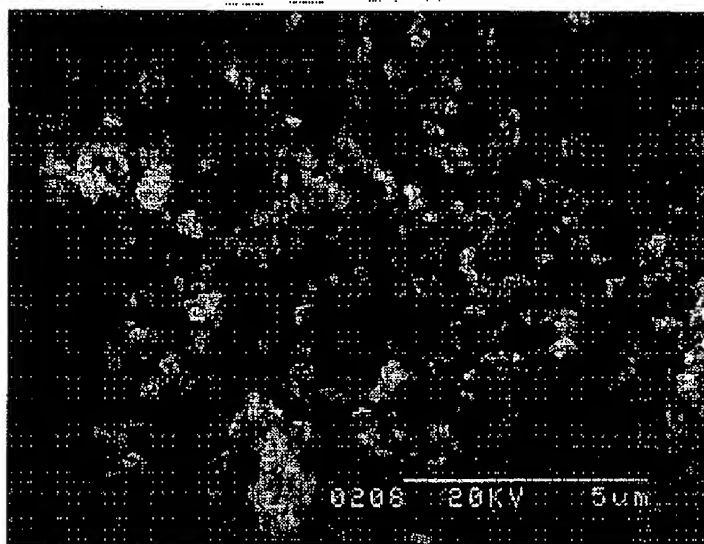
図面代用写真



HAP 粒子

【図7】

図面代用写真



研磨砥粒(ダイヤモンド粒子)

【図8】

図面代用写真

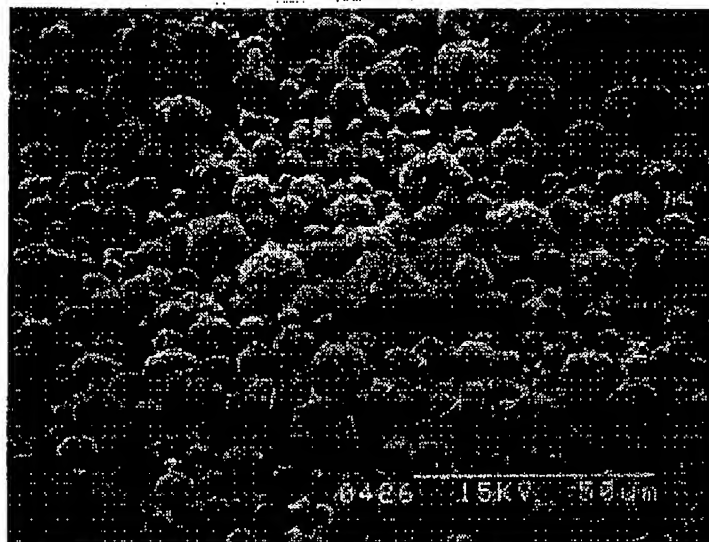


複合砥粒(HAP+ダイヤモンド)



【図9】

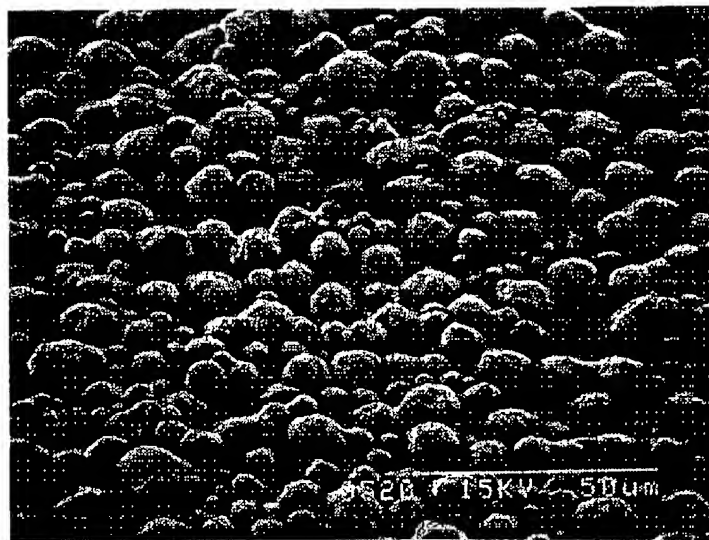
図面代用写真



研磨フィルム（ラッピングフィルム）

【図10】

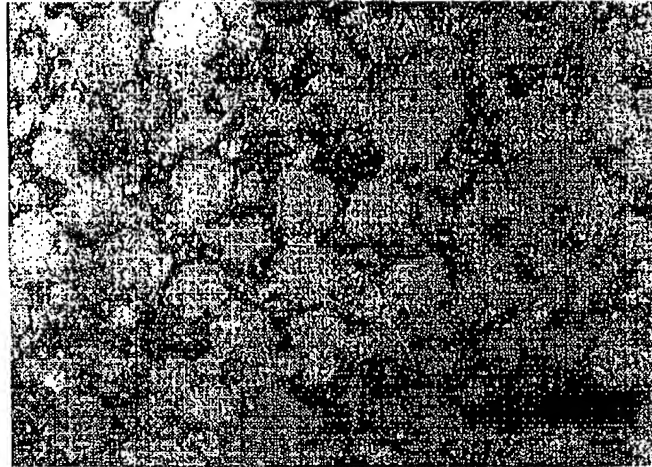
図面代用写真



研磨フィルム（ラッピングフィルム）

【図11】

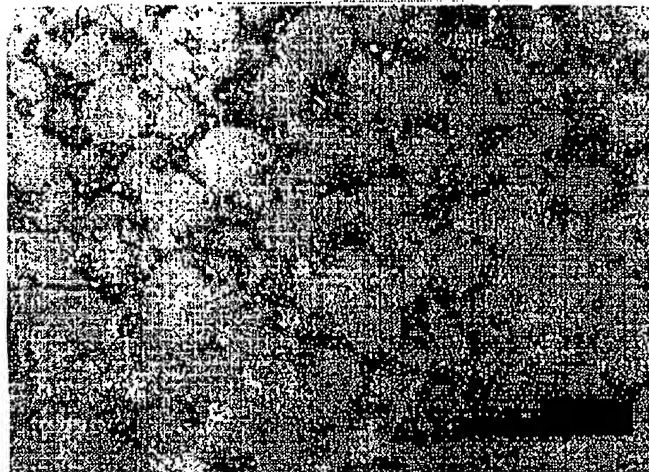
図面代用写真



HAP/ダイヤモンド 混合砥粒の焼結体

【図12】

図面代用写真



HAP/ダイヤモンド 複合砥粒の焼結体

【図13】

図面代用写真



HAP/ダイヤモンド/PSZ 複合砥粒の焼結体

---

フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 健一  
東京都大田区東糞谷 1-13-11-402

(72)発明者 小野 憲次  
神奈川県横須賀市ハイランド 2-38-7

(72)発明者 小石 眞純  
神奈川県相模原市鶴野森 2-27-5-403

PAT-NO: JP410113874A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 10113874 A

TITLE: COMPOSITE ABRASIVE GRAIN FOR  
BIOMATERIAL POLISHING, ITS  
MANUFACTURING METHOD AND ABRASIVE  
MATERIAL

PUBN-DATE: May 6, 1998

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KAWASHIMA, NORIMICHI

KAWAN, SUTANTO

MATSUNO, TAKASHI

WATANABE, KENICHI

ONO, KENJI

KOISHI, MASUMI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

KK NARA KIKAI SEISAKUSHO

KAWASHIMA NORIMICHI

COUNTRY

N/A

N/A

APPL-NO: JP08289381

APPL-DATE: October 11, 1996

INT-CL (IPC): B24D003/00, B24D011/00

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide high precision surface finishing without forming a bulky polishing trace by fixing and compositing abrasive grinding grains a grain diameter of which is smaller than that of bioceramic particles and having biological compatibility on surfaces of the bioceramic particles

having biological compatibility.

SOLUTION: It is possible to firmly fix abrasive grinding grains 31 which are child particles on surfaces of bioceramic particles 30 having biological compatibility to be mother particles, and composite grinding grains 40 uniformly covered with the child particles 31 are formed on the surfaces of the mother particles 30. Binder resin as a binder 33 is formed on a surface of a film type base material 32, and a film type polishing material 34a arranged with the composite grinding grains 40 in a single layer on its upper surface is provided. Consequently, there is little possibility to transfer and adhere binder resin in a polishing article direction at the time of grinding process.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO